JC20 Rec'd PCT/PTO 08 AUG 2005

DOCKET NO.: 275181US0PCT

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Harald KELLER, et al.

SERIAL NO.: NEW U.S. PCT APPLICATION

FILED: HEREWITH

INTERNATIONAL APPLICATION NO.: PCT/EP04/00776

INTERNATIONAL FILING DATE: January 29, 2004

FOR: METHOD FOR HYDROPHOBING TEXTILE MATERIALS

REQUEST FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119 AND THE INTERNATIONAL CONVENTION

Commissioner for Patents Alexandria, Virginia 22313

Sir:

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicant claims as priority:

COUNTRY Germany **APPLICATION NO** 103 06 893.7

DAY/MONTH/YEAR

18 February 2003

Certified copies of the corresponding Convention application(s) were submitted to the International Bureau in PCT Application No. PCT/EP04/00776. Receipt of the certified copy(s) by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.

Respectfully submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,

MAIER & NEUSTADT, P.C.

Customer Number

22850

(703) 413-3000 Fax No. (703) 413-2220 (OSMMN 08/03) Norman F. Oblon Attorney of Record Registration No. 24,618

Surinder Sachar

Registration No. 34,423

Corwin P. Umbach, Ph.D. Registration No. 40,211

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



REC'D 16 MAR 2004
WIPO PCT

Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen:

103 06 893.7

Anmeldetag:

18. Februar 2003

Anmelder/Inhaber:

BASF Aktiengesellschaft,

Ludwigshafen/DE

Bezeichnung:

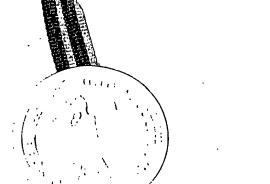
Verfahren zur Hydrophobierung von

textilen Materialien

IPC:

D 06 M 15/51

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.



München, den 23. Oktober 2003 **Deutsches Patent- und Markenamt Der Präsident** Im Auftrag

Dele

Wenter

PRIORITY DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

Patentansprüche

5

25

- Verfahren zur Ausrüstung von textilen Materialien durch Behandlung mit mindes-1. tens einer wässrigen Flotte, die mindestens ein organisches Polymer enthält und mindestens einen organischen oder anorganischen Feststoff in partikulärer Form, wobei der oder die organischen oder anorganischen Feststoffe in der Flotte in einem Anteil von mindestens 5,5 g/l vorliegen.
- Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der oder mindestens 2. einer der organischen oder anorganischen Feststoffe hydrophob ist. 10
 - Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass 3. man die textile Oberfläche vor der Behandlung mit einer Haftschicht versieht.
- 15 Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass es 4. sich bei dem oder den Feststoffen um einen oder mehrere anorganische Feststoffe handelt.
- 5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass der 20 oder die organischen oder anorganischen Feststoffe in der Flotte in einem Anteil von mindestens 7 g/l vorliegen.
 - Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass der 6. oder die organischen oder anorganischen Feststoffe einen Partikeldurchmesser (Medianwert, Zahlenmittel) im Bereich von 1 bis 350 nm aufweisen.
 - 7. Textile Materialien, ausgerüstet nach einem Verfahren gemäß der Ansprüche 1 bis 6.
- Wässrige Flotten, enthaltend mindestens ein organisches Polymer und mindes-30 8. tens einen organischen oder anorganischen Feststoff in partikulärer Form, wobei der oder die organischen oder anorganischen Feststoffe in der Flotte in einem Anteil von mindestens 5,5 g/l vorliegen.
- 35 Verwendung von wässrigen Flotten nach Anspruch 8 zur Ausrüstung von textilen 9. Materialien.
 - Verfahren zur Herstellung von wässrigen Flotten nach Anspruch 8 durch Vermischen der folgenden Komponenten:
- 40 mindestens ein organisches Polymer,

74/03 Sue/sm

18.02.2003

10

15

2

mindestens einen organischen oder anorganischen Feststoff in partikulärer Form, Wasser und

gegebenenfalls ein oder mehrere organische Lösemittel, und gegebenenfalls weitere Komponenten,

- wobei die Menge an organischem oder anorganischem Feststoff in partikulärer Form so gewählt wird, dass er in der wässrigen Flotte in einem Anteil von mindestens 5,5 g/l vorliegt.
- 11. Verwendung von Formulierungen zur Herstellung von wässrigen Flotten nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Formulierungen organisches Polymer, organischen oder anorganischen Feststoff in partikulärer Form, gegebenenfalls einen oder mehrere organische Lösemittel und gegebenenfalls einen oder mehrere Emulgatoren sowie gegebenenfalls Wasser enthalten und der Anteil an Wasser maximal 15 Gew.-% beträgt.
- 12. Formulierungen, enthaltend organisches Polymer, organischen oder anorganischen Feststoff in partikulärer Form, gegebenenfalls einen oder mehrere organische Lösemittel und gegebenenfalls einen oder mehrere Emulgatoren sowie gegebenenfalls Wasser, wobei der Anteil an Wasser maximal 15 Gew.-% beträgt.

Verfahren zur Hydrophobierung von textilen Materialien

Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Ausrüstung von textilen Materialien 5 durch Behandlung mit mindestens einer wässrigen Flotte, die mindestens ein organisches Polymer enthält und mindestens einen organischen oder anorganischen Feststoff in partikulärer Form, wobei der oder die organischen oder anorganischen Feststoffe in der Flotte in einem Anteil von mindestens 5,5 g/l vorliegen.

10

Die Ausrüstung von Textilien ist ein Arbeitsgebiet mit wachsender wirtschaftlicher Bedeutung. Besonders interessant ist es, Textilien wasser- und schmutzabweisend auszurüsten. Moderne Maßnahmen bedienen sich in einigen Fällen des sogenannten Lotus-Effekts® und verleihen Textilien durch das Aufbringen einer rauen Oberfläche ein wasserabweisendes Verhalten.

15

WO 96/04123 beschreibt selbstreinigende Oberflächen, die eine künstliche Oberflächenstruktur besitzen, welche Erhebungen und Vertiefungen aufweist, wobei die Struktur insbesondere durch ihre Strukturparameter gekennzeichnet ist. Die Herstellung der Strukturen erfolgt beispielsweise durch Aufprägen einer Struktur auf ein thermoplastisch verformbares hydrophobes Material oder durch Aufbringen von Teflonpulver auf eine mit UHU® behandelte Fläche. Aus US 3,354,022 sind ähnlich hergestellte Wasser abweisende Flächen bekannt.

20

25

Aus EP-A 0 933 388 sind Verfahren zur Herstellung von strukturierten Oberflächen bekannt, bei denen man zunächst durch Photolithographie eine Negativform herstellt, mit dieser Form eine Kunststofffolie prägt und anschließend die geprägte Kunststofffolie mit fluorierten Alkylsilanen hydrophobiert.

30

Die oben beschriebenen Methoden sind jedoch zur Schmutz und Wasser abweisenden Ausrüstung von Textilien ungeeignet.

35

In WO 02/84013 wird vorgeschlagen, Fasern beispielsweise aus Polyester dadurch zu hydrophobieren, dass man sie durch ein auf 80°C erhitztes Bad aus Decalin, in dem 1% hydrophobiertes Kieselgel Aerosil® 8200 suspendiert wurde, hindurchzieht.

In WO 02/84016 wird vorgeschlagen, Polyestergewebe dadurch zu hydrophobieren, dass man es durch ein Bad aus auf 50°C erwärmtes DMSO (Dimethylsulfoxid), in dem 1% hydrophobiertes Kieselgel Aeroperl® 8200 suspendiert wurde, hindurchzieht.

10

15

20

25

35

40

2

Beiden Methoden zur Hydrophobierung ist gemeinsam, dass das Lösemittel so gewählt wird, dass die Fasern partiell gelöst werden. Dazu ist es erforderlich, dass man große Mengen an organischem Lösemittel einsetzt, was in vielen Fällen unerwünscht ist. Außerdem kann durch Behandlung mit organischen Lösemitteln die mechanische Festigkeit der Fasern beeinflusst werden.

In WO 01/75216 wird vorgeschlagen, textile Fasern und Flächengebilde dadurch Wasser und Schmutz abweisend auszurüsten, dass man sie mit einer Zwei-Komponenten-Schicht versieht, von denen eine ein Dispersionsmittel und die andere beispielsweise ein Kolloid ist. Durch das in WO 01/75216 beschriebene Ausrüstungsverfahren werden Ausrüstungsschichten hergestellt, bei denen die Kolloide anisotrop im Dispersionsmittel verteilt sind, wobei man eine Anreicherung der Kolloide an der Grenzfläche zwischen Ausrüstungsschicht und umgebender Oberfläche beobachtet. Das Verfahren wendet dabei solche Ausrüstungsflotten an, die bis zu 5 g/l Aerosil 812 S enthalten.

Durch das in WO 01/75216 beschriebene Verfahren ausgerüstete Textilien weisen jedoch in vielen Fällen eine nicht zufrieden stellende mechanische Belastbarkeit auf.

Es bestand daher die Aufgabe, ein Verfahren zur Ausrüstung von textilen Materialien zur Verfügung zu stellen, das die oben aufgezeigten Nachteile nicht aufweist und gleichzeitig sehr gute Wasser- und Schmutz abweisende Wirkung aufweist. Es bestand weiterhin die Aufgabe, Schmutz und Wasser abweisende Textilien bereitzustellen. Weiterhin bestand die Aufgabe, Flotten zur Schutz und Wasser abweisenden Ausrüstung von textilen Materialien zur Verfügung zu stellen.

Demgemäß wurde das eingangs definierte Verfahren gefunden.

Unter textilen Materialien sind im Sinne der vorliegenden Erfindung Fasern, Vorgarn, Garn, Zwirn einerseits und textile Flächengebilde andererseits wie beispielsweise Webwaren, Maschenwaren, Vliese und Bekleidungsstücke zu verstehen. Besonders bevorzugt sind textile Flächengebilde, die beispielsweise zur Herstellung von Textil im Außenbereich verwendet werden. Beispielhaft seien Segel, Sonnen- und Regenschirme, Planen, Zeltbahnen, Tischdecken, Markisenstoffe und Möbelbespannungen beispielsweise für Stühle, Schaukeln oder Bänke genannt.

Textile Materialien im Sinne der vorliegenden Erfindung können aus unterschiedlichen Stoffen bestehen. Genannt seien Naturfasern und Synthesefasern sowie Mischfasern. Unter Naturfasern seien beispielsweise Seide, Wolle und Baumwolle genannt. Unter Synthesefasern seien beispielhaft Polyamid, Polyester, Polypropylen, Polyacrylnitril, Polyethylenterephthalat und Viskose genannt. Auch modifizierte Naturfasern lassen

30

35

3

sich nach dem erfindungsgemäßen Verfahren beschichten, beispielsweise Celluloseacetat

Das erfindungsgemäße Verfahren geht aus von mindestens einer wässrigen Flotte.

5 Unter wässriger Flotte im Sinne der vorliegenden Erfindung sind solche Flotten zu verstehen, die mindestens 5 Gew.-% Wasser enthalten können. Bevorzugt enthalten wässrige Flotten mindestens 25 Gew.-% Wasser, besonders bevorzugt mindestens 50 Gew.-% und ganz besonders bevorzugt mindestens 75 Gew.-%. Der maximale Wassergehalt beträgt 99 Gew.-%, bevorzugt 97 Gew.-%, besonders bevorzugt 95 Gew.-%.

Erfindungsgemäß eingesétzte wässrige Flotten können neben Wasser organische Lösemittel enthalten, beispielsweise Methanol, Ethanol, Isopropanol, Aceton, Methylethylketon, Methylisobutylketon, Ethylenglykol-mono-n-Butylether, Ethylenglykol-mono-iso-Butylether, Essigsäure, n-Butanol, iso-Butanol, n-Hexanol und Isomere, n-Octanol und Isomere, n-Dodecanol und Isomere. Organische Lösemittel können 1 bis 50 Gew.-%, bevorzugt 2 bis 25 Gew.-% der erfindungsgemäße eingesetzten wässrigen Flotte ausmachen.

Mindestens eine der im erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzten Flotten enthält mindestens ein organisches Polymer. Organische Polymere können als Bindemittel dienen. Die Wirkung eines Bindemittels kann beispielsweise dergestalt erfolgen, dass das organische Polymer einen Film bildet und die Partikel miteinander und mit dem zu beschichtenden textilen Material verbindet.

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung handelt es sich bei mindestens einem organischen Polymeren um Polymere oder Copolymere von ethylenisch ungesättigten hydrophoben Monomeren, die in Wasser eine Löslichkeit von weniger als 1 g/l haben, bestimmt bei 25°C. In Copolymeren machen hydrophobe Monomere mindestens 50 Gew.-%, bevorzugt mindestens 75 Gew.-% des Copolymers aus.

Bevorzugte Monomere sind gewählt aus den Gruppen der C_2 - C_{24} -Olefine, insbesondere α -Olefine mit 2 bis 24 C-Atomen, beispielsweise Ethylen, Propylen, 1-Buten, Isobuten, 1-Hexen, 1-Octen, 1-Decen, 1-Dodecen, 1-Hexadecen oder 1-Octadecen:

Vinylaromaten, beispielsweise Styrol, α -Methylstyrol, cis-Stilben, trans-Stilben, Diolefine wie beispielsweise 1,3-Butadien, Cyclopentadien, Chloropren oder Isopren, C₅-C₁₈-Cycloolefine wie beispielsweise Cyclopenten, Cyclohexen, Norbornen, dimeres Cyclopentadien,

Vinylester von linearen oder verzweigten C₁-C₂₀-Alkancarbonsäuren wie beispielsweise Vinylacetat, Vinylpropionat, Vinyl-n-butyrat, Vinyl-n-hexanoat, Vinyl-n-octanoat, Vinyl-n-octanoat, Vinyl-n-hexanoat, Vinyl-n-octanoat, Vinyl-nlaurat und Vinylstearat,

(Meth)acrylsäureester von C_1 - C_{20} -Alkoholen, beispielsweise Methyl(meth)acrylat, Ethyl-(meth)acrylat, n-Propyl(meth)acrylat, iso-Propyl(meth)acrylat, n-Butyl(meth)acrylat, iso-Butyl(meth)acrylat), tert.-Butyl(meth)acrylat, 2-Ethylhexyl(meth)acrylat, n-Octyl(meth)acrylat, n-Decyl(meth)acrylat, n-Dodecyl(meth)acrylat, n-Eicosyl(meth)acrylat und ganz besonders bevorzugt aus den Gruppen der halogenierten Monomere und der Monomere mit Siloxangruppen.

10

15

Zu halogenierten Monomeren gehören chlorierte Olefine wie beispielsweise Vinylchlorid und Vinylidenchlorid.

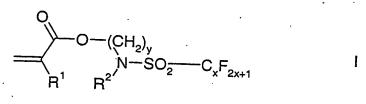
Ganz besonders bevorzugte halogenierte Monomere sind fluorhaltige Olefine wie beispielsweise Vinylidenfluorid, Trifluorchlorethylen, Tetrafluorethylen, Hexafluorpropylen, Vinylester von fluorierten oder perfluorierten C₃-C₁₁-Carbonsäuren wie beispielsweise in US 2,592,069 und US 2,732,370 beschrieben

(Meth)acrylsäureester von fluorierten oder perfluorierten Alkoholen wie beispielsweise fluorierten oder perfluorierten C_3 - C_{14} -Alkylalkoholen, beispielsweise

20 (Meth)acrylatsäureeester von HO-CH₂-CH₂-CF₃, HO-CH₂-CH₂-C₂F₅, $C_{6}F_{13}$, $HO-CH_{2}-CH_{2}-n-C_{8}F_{17}$, $HO-CH_{2}-CH_{2}-n-C_{10}F_{21}$, $HO-CH_{2}-CH_{2}-n-C_{12}F_{25}$, beschrieben beispielsweise in US 2,642,416, US 3,239,557, BR 1,118,007, US 3,462,296.

25

Auch Copolymere von beispielsweise Gycidyl(meth)acrylat mit Estern der Formel I



30 in denen die Variablen wie folgt definiert sind:

Wasserstoff, CH₃, C₂H₅, R^1

 \mathbb{R}^2 CH₃, C₂H₅,

eine ganze Zahl im Bereich von 4 bis 12, ganz besonders bevorzugt 6 bis 8 X

eine ganze Zahl im Bereich von 1 bis 11, bevorzugt 1 bis 6, У

35

oder Glycidy(meth)acrylat mit Vinylestern von fluorierten Carbonsäuren sind geeignet.

15

20

5

Weitere geeignete Copolymere sind Copolymerisate von (Meth)acrylsäureestern fluorierter oder perfluorierter C_3 - C_{12} -Alkylalkohole wie beispielsweise HO- CH_2 - CH_2 - CH_3 -CH

- mit (Meth)acrylsäureestern nicht-halogenierter C₁-C₂₀-Alkohole, beispielsweise Methyl(meth)acrylat, Ethyl(meth)acrylat, n-Butyl(meth)acrylat, n-Propyl(meth)acrylat, 2-Ethylhexyl(meth)acrylat, n-Octyl(meth)acrylat, n-Decyl(meth)acrylat, n-Dodecyl-(meth)acrylat, n-Eicosyl(meth)acrylat.
- Eine Übersicht über geeignete fluorierte Polymere und Copolymere findet sich beispielsweise in M. Lewin *et al.*, Chemical Processing of Fibers and Fabrics, Part B, 2. Band, Marcel Dekker, New York (1984), Seite S. 172 ff. und S. 178 182.

Weitere geeignete fluorierte Polymere sind beispielsweise in DE 199 120 810 offengelegt.

Aus der Gruppe der Olefine mit Siloxangruppen seien beispielsweise Olefine der allgemeinen Formeln II a bis II c

$$\begin{array}{c|c}
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 & & & \\
 &$$

genannt, in denen die Variablen wie folgt definiert sind: ${\sf R}^3$ ist gewählt aus

C₁-C₁₈-Alkyl, beispielsweise Methyl, Ethyl, n-Propyl, iso-Propyl, n-Butyl, iso-Butyl, sec.-Butyl, tert.-Butyl, n-Pentyl, iso-Pentyl, sec.-Pentyl, neo-Pentyl, 1,2-Dimethylpropyl, iso-Amyl, n-Hexyl, iso-Hexyl, sec.-Hexyl, n-Heptyl, iso-Heptyl, n-Octyl, n-Nonyl, n-Decyl,

15

40

n-Dodecyl, n-Tetradecyl, n-Hexadecyl, n-Octadecyl; bevorzugt C₁-C₆-Alkyl wie Methyl, Ethyl, n-Propyl, iso-Propyl, n-Butyl, iso-Butyl, sec.-Butyl, tert.-Butyl, n-Pentyl, iso-Pentyl, sec.-Pentyl, neo-Pentyl, 1,2-Dimethylpropyl, iso-Amyl, n-Hexyl, iso-Hexyl, sec.-Hexyl, besonders bevorzugt C_1 - C_4 -Alkyl wie Methyl, Ethyl, n-Propyl, iso-Propyl, n-Butyl, iso-Butyl, sec.-Butyl und tert.-Butyl und ganz besonders Methyl. C_6 - C_{14} -Aryl, beispielsweise Phenyl, 1-Naphthyl, 2-Naphthyl, 1-Anthryl, 2-Anthryl, 9-Anthryl, 1-Phenanthryl, 2-Phenanthryl, 3-Phenanthryl, 4-Phenanthryl und 9-Phenanthryl, bevorzugt Phenyl, 1-Naphthyl und 2-Naphthyl, besonders bevorzugt Phenyl C₃-C₁₂-Cycloalkyl, beispielsweise Cyclopropyl, Cyclobutyl, Cyclopentyl, Cyclohexyl, Cycloheptyl, Cycloctyl, Cyclononyl, Cyclodecyl, Cycloundecyl und Cyclododecyl; be-

10 vorzugt sind Cyclopentyl, Cyclohexyl und Cycloheptyl oder Si(CH₃)₃.

R¹ ist wie oben stehend definiert.

n ist eine ganze Zahl im Bereich von 0 bis 6, insbesondere 1 bis 2; m ist eine ganze Zahl im Bereich von 2 bis 10.000, insbesondere bis 100.

Weiterhin sind geeignete Polymere: Polyether wie beispielsweise Polyethylenglykol, Polypropylenglykol, Polybutylenglykole, Polytetrahydrofuran;

Polycaprolacton, Polycarbonate, Polyvinylbutyral, 20 teilaromatische Polyester aus aliphatischen oder aromatischen Dicarbonsäuren und/oder aliphatischen oder aromatischen Dialkoholen, z.B. Polyester, aufgebaut aus aliphatischen Dialkoholen mit 2 bis 18 C-Atomen wie beispielsweise Ethylenglykol, Propandiol, 1,4-Butandiol, 1,6-Hexandiol, 1,8-Octandiol oder Bisphenol A, und aliphatischen Dicarbonsäuren mit 3 bis 18 C-Atomen wie beispiels-25 weise Bernsteinsäure, Glutarsäure, Adipinsäure und α,ω-Decandicarbonsäure; Polyester, aufgebaut aus Terephthalsäure und aliphatischen Dialkoholen mit 2 bis 18 C-Atomen wie beispielsweise Ethylenglykol, Propandiol, 1,4-Butandiol, 1,6-Hexandiol oder 1,8-Octandiol. 30

Vorstehend genannte Polyester können beispielsweise mit Monoalkoholen wie beispielsweise 4 bis 12 C-Atomen terminiert sein, beispielsweise n-Butanol, n-Hexanol, n-Octanol, n-Decanol oder n-Dodecanol.

Vorstehend genannte Polyester können beispielsweise mit Monocarbonsäuren wie 35 beispielsweise Stearinsäure terminiert sein.

Weitere geeignete Polymere sind Melamin-Formaldehyd-Harze, Harnstoff-Formaldehyd-Harze, N,N-Dimethylol-4,5-dihydroxyethylenharnstoffe, die mit C_1 - C_5 -Alkoholen verethert sein können.

15

25

30

35

7

Das Molekulargewicht des oder der organischen Polymeren lässt sich in weiten Bereichen wählen. Das Molekulargewicht (Gewichtsmittel) kann im Bereich von 1000 bis 10.000.000 g/mol, vorzugsweise im Bereich von 2500 bis 5.000.000 g/mol liegen, ermittelt nach mindestens einer der folgenden Methoden: Lichtstreuung, Gelpermeationschromatographie (GPC), Viskosimetrie. Wenn man ein Polymer aus der Gruppe der Polyolefine einsetzt, beispielsweise Polyethylen, Polypropylen oder Polyisobuten sowie Copolymere von Ethylen mit Propylen, Butylen oder 1-Hexen, so liegt das Molekulargewicht vorteilhaft im Bereich von 30.000 bis 5.000.000 g/mol.

Die Breite der Molekulargewichtsverteilung ist an sich unkritisch und kann im Bereich von 1,1 bis 20 liegen. Üblicherweise liegt sie im Bereich von 2 bis 10.

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung kann der Anteil des oder der oben beschriebenen organischen Polymere bei mindestens 0,1 g/l der Flotte liegen, bevorzugt mindestens 1 g/l und besonders bevorzugt bei mindestens 10 g/l. Der maximale Anteil liegt beispielsweise bei 500 g/l, bevorzugt bei 250 g/l und besonders bevorzugt bei 100 g/l.

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung ist das oder die organischen Polymere in der Flotte nicht löslich, wobei nicht löslich im Zusammenhang mit organischen Polymeren im Sinne der vorliegenden Erfindung bedeutet, dass bei Zimmertemperatur weniger als 1 g/l in der Flotte löslich sind, bevorzugt weniger als 0,1 g/l.

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung setzt man mindestens zwei verschiedene organische Polymere ein.

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung kann mindestens ein organisches Polymer in Form von Partikeln mit einem mittleren Korndurchmesser von 0,1 bis 50 μ m, bevorzugt 0,5 bis 30 μ m und besonders bevorzugt bis 20 μ m vorliegen (Medianwert, Zahlenmittel).

Mindestens eine der im erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzte wässrige Flotte enthält mindestens einen hydrophoben Feststoff in partikulärer Form, der von demoder den oben beschriebenen Polymeren verschieden ist, und zwar in einem Anteil von mindestens 5,5 g/l, bevorzugt mindestens 7 g/l, besonders bevorzugt mindestens 10 g/l. Wünscht man ein Gemisch von mindestens zwei hydrophoben Feststoffen in partikulärer Form einzusetzen, so liegt vorzugsweise mindestens einer in einem Anteil von mindestens 5,5 g/l vor. Der maximale Anteil des oder der hydrophoben Feststoffe in partikulärer Form kann bei insgesamt 150 g/l liegen. Der hydrophobe Feststoff in partikulä-

rer Form kann anorganischer oder organischer Natur sein, bevorzugt ist er anorganisch.

Beispiele für geeignete Materialien sind Polyethylen, Polypropylen, Polyisobutylen und Polystyrol sowie Copolymere derselben miteinander oder mit einem oder mehreren weiteren Olefinen wie beispielsweise Styrol, Methylacrylat, Ethylacrylat, Methylmethacrylat, Butylacrylat, Butylmethacrylat, 2-Ethylhexylacrylat, 2-Ethylhexylmethacrylat, Maleinsäureanhydrid oder N-Methylmaleinimid. Ein bevorzugtes Polyethylen oder Polypropylen wird beispielsweise in EP-A 0 761 696 beschrieben.

..10

15

20

5

Besonders geeignete Materialien sind anorganische Materialien, insbesondere feste anorganische Oxide, Carbonate, Phosphate, Silikate oder Sulfate der Gruppen 3 bis 14 des Periodensystems der Elemente, beispielsweise Calciumoxid, Siliziumdioxid oder Aluminiumoxid, Calciumcarbonat, Calciumsulfat oder Calciumsilikat, wobei Aluminiumoxid und Siliziumdioxid bevorzugt sind. Besonders bevorzugt ist Siliziumdioxid in seiner Modifikation als Kieselgel. Ganz besonders bevorzugt sind pyrogene Kieselgele. Feste anorganische Oxide können thermisch durch Erhitzen auf 400 bis 800°C oder bevorzugt durch physisorbierte oder chemisorbierte organische oder metallorganische Verbindungen hydrophobiert werden. Dazu setzt man Partikel vor dem Beschichtungsschritt beispielsweise mit metallorganischen Verbindungen um, die wenigstens eine funktionelle Gruppe enthalten, beispielsweise Alkyl-Lithiumverbindungen wie Methyllithium, n-Butylithium oder n-Hexyllithium; oder Silane wie beispielsweise Hexamethyldisilazan, Octyltrimethoxysilan und insbesondere halogenierte Silane wie Trimethylchlorsilan oder Dichlordimethylsilan.

25

Unter hydrophob wird im Zusammenhang mit dem oder den hydrophoben Feststoffen in partikulärer Form verstanden, dass seine Löslichkeit unter 1 g/l liegt, bevorzugt unter 0,3 g/l, bestimmt bei Zimmertemperatur.

30

Anorganische Feststoffe können vorzugsweise poröser Natur sein. Die poröse Struktur lässt sich am besten durch die BET-Oberfläche, gemessen nach DIN 66131, charakterisieren. Eingesetzte anorganische Feststoffe können bevorzugt eine BET-Oberfläche im Bereich von 5 bis 1000 m²/g, bevorzugt von 10 bis 800 m²/g und besonders bevorzugt von 20 bis 500 m²/g.

35

40

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung liegt mindestens einer der hydrophoben Feststoffe in partikulärer Form vor. Der mittlere Partikeldurchmesser (Medianwert, Zahlenmittel) liegt bei mindestens 1 nm, bevorzugt mindestens 3 nm und besonders bevorzugt mindestens 6 nm. Der maximale Partikeldurchmesser (Medianwert, Zahlenmittel) liegt bei 350 nm, bevorzugt bei 100 nm. Zur Messung des Partikeldurch-

25

30

9

messers kann man sich gängiger Methoden bedienen wie beispielsweise Transmissionselektronenmikroskopie.

Das Gewichtsverhältnis organisches Polymer zu organischem oder anorganischem 5 Feststoff in partikulärer Form beträgt im Allgemeinen 9:1 bis 1:9, bevorzugt 4:1 bis 1.4 und besonders bevorzugt 7:3 bis 4:6.

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung liegt mindestens einer der hydrophoben Feststoffe in Form sphärischer Partikel vor, wobei damit solche partikuläre Feststoffe umfasst sein sollen, von denen mindestens 75 Gew.-%, bevorzugt mindestens 90 Gew.-% in sphärischer Form und weitere Partikel in granulärer Form vorliegen.

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung kann mindestens einer der hydrophoben Feststoffe Agglomerate bilden. Beim Vorliegen eines oder mehrerer hydrophober Feststoffe in Form von Agglomeraten, die aus 2 bis mehreren tausend Primärpartikeln bestehen können und ihrerseits sphärische Form aufweisen können, beziehen sich die Angaben auf Form und Größe der Partikel auf die Primärpartikel.

Mindestens eine im erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzte Flotte kann mindestens ein oberflächenaktives Mittel enthalten, gewählt beispielsweise aus der Gruppe der ionischen und nichtionischen Emulgatoren.

Geeignete nichtionische Emulgatoren sind z.B. ethoxylierte Mono-, Di- und Tri-Alkylphenole (Ethoxylierungs-Grad: 3 bis 50, Alkylrest: C₄-C₁₂) sowie ethoxylierte Fettalkohole (Ethoxylierungs-Grad: 3 bis 80; Alkylrest: C₈-C₃₆). Beispiele hierfür sind die Lutensol[®]-Marken der BASF Aktiengesellschaft oder die Triton[®]-Marken der Union Carbide.

Geeignete anionische Emulgatoren sind z.B. Alkalimetall- und Ammoniumsalze von Alkylsulfaten (Alkylrest: C_8 bis C_{12}), von Schwefelsäurehalbestern ethoxylierter Alkanole (Ethoxylierungs-Grad: 4 bis 30, Alkylrest: C_{12} - C_{18}) und ethoxylierter Alkylphenole (Ethoxylierungs-Grad: 3 bis 50, Alkylrest: C_4 - C_{12}), von Alkylsulfonsäuren (Alkylrest: C_{12} - C_{18}) und von Alkylarylsulfonsäuren (Alkylrest: C_9 - C_{18}).

Geeignete kationische Emulgatoren sind in der Regel einen C₆-C₁₈-Alkyl-, -Aralkyloder heterocyclischen Rest aufweisende primäre, sekundäre, tertiäre oder quartäre
Ammoniumsalze, Alkanolammoniumsalze, Pyridiniumsalze, Imidazoliniumsalze,
Oxazoliniumsalze, Morpholiniumsalze, Thiazoliniumsalze sowie Salze von Aminoxiden,
Chinoliniumsalze, Isochinoliniumsalze, Tropyliumsalze, Sulfoniumsalze und Phosphoniumsalze. Beispielhaft genannt seien Dodecylammoniumacetat oder das ent-

25

30

35

40

10

sprechende Hydrochlorid, die Chloride oder Acetate der verschiedenen 2-(*N*,*N*,*N*-Trimethylammonium)ethylparaffinsäureester, *N*-Cetylpyridiniumchlorid, *N*-Laurylpyridiniumsulfat sowie *N*-Cetyl-*N*,*N*,*N*-trimethylammoniumbromid, *N*-Dodecyl-*N*,*N*,*N*-trimethylammoniumbromid, *N*,*N*-Distearyl-*N*,*N*-dimethylammoniumchlorid sowie das Gemini-Tensid *N*,*N*-(Lauryldimethyl)ethylendiamindibromid. Zahlreiche weitere Beispiele finden sich in H. Stache, *Tensid-Taschenbuch*, Carl-Hanser-Verlag, München, Wien, 1981 und in McCutcheon's, *Emulsifiers & Detergents*, MC Publishing Company, Glen Rock, 1989.

Ganz besonders geeignete Emulgatoren sind beispielsweise Copolymerisate von Ethylen und mindestens einer α,β-ungesättigten Mono- oder Dicarbonsäure oder mindestens einem Anhydrid einer α,β-ungesättigten Mono- oder Dicarbonsäure, beispielsweise Acrylsäure, Methacrylsäure, Crotonsäure, Maleinsäure, Fumarsäure, Methylenmalonsäure, Maleinsäureanyhdrid, Itaconsäureanhydrid. Die Carboxylgruppen können partiell oder vorzugsweise vollständig neutralisiert sein, beispielsweise mit Alkalimetallionen, Erdalkalimetallionen, Ammonium oder Aminen, beispielsweise Amine wie Triethylamin, Diethylamin, Ethylamin, Trimethylamin, Dimethylamin, Methylamin, Ethyldiisopropylamin, Ethanolamin, Diethanolamin, Triethanolamin, N-Methyldiethanolamin, N-(n-Butyl)diethanolamin oder N,N-Dimethylethanolamin.

Der Anteil an Emulgator in der Flotte lässt sich in weiten Grenzen wählen und kann 0,1 bis 100 g/l betragen, bevorzugt 0,2 bis 10 g/l.

Das erfindungsgemäße Verfahren führt man so durch, dass man textiles Material mit mindestens einer wässrigen Flotte behandelt. Dabei ist es auch möglich, mehrere Behandlungsschritte mit gleichartigen oder verschiedenen Flotten durchzuführen.

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung führt man das erfindungsgemäße Verfahren so durch, dass man das zu behandelnde Textil zunächst mit einer Flotte behandelt, die mindestens ein organisches Polymer enthält und weiterhin einen organischen oder bevorzugt anorganischen Feststoff in partikulärer Form und anschließend eine weitere Behandlung mit einer neuen Flotte anschließt, die das organische Polymer enthält, aber keinen weiteren organischen oder anorganischen Feststoff in partikulärer Form.

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung führt man das erfindungsgemäße Verfahren so durch, dass man das zu behandelnde Textil zunächst mit einer Flotte behandelt, die mindestens ein organisches Polymer enthält und weiterhin einen organischen oder bevorzugt anorganischen Feststoff in partikulärer Form, und anschließend eine weitere Behandlung mit einer neuen Flotte anschließt, die ein anderes organischen Polymer enthält und weiterbin einen organischen Gend eine weitere Behandlung mit einer neuen Flotte anschließt, die ein anderes organischen Polymer enthält und weiterbin einen organischen Gend eine weitere Behandlung mit einer neuen Flotte anschließt, die ein anderes organischen Polymer enthält und weiterbin einen organischen Gend eine weitere Behandlung mit einer neuen Flotte anschließt, die ein anderes organischen Polymer enthält und weiterbin einen organischen Gend eine weitere Behandlung mit einer neuen Flotte anschließt, die ein anderes organischen Polymer enthält und weiterbin einen organischen Gend eine weitere Behandlung mit einer neuen Flotte anschließt, die ein anderes organischen Gend eine Weiterbin eine Polymer enthält und weiterbin einen Gend eine Weiterbin eine Polymer enthält und weiterbin eine P

30

35

11

nisches Polymer enthält, aber keinen weiteren organischen oder anorganischen Feststoff in partikulärer Form.

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung führt man das erfindungsgemäße

Verfahren so durch, dass man das zu behandelnde Textil zunächst mit einer Flotte
behandelt, die mindestens ein organisches Polymer enthält und weiterhin einen organischen oder bevorzugt anorganischen Feststoff in partikulärer Form und anschließend
eine weitere Behandlung mit einer neuen Flotte anschließt, die kein weiteres Polymer
enthält, aber den bereits im ersten Schritt eingesetzten anorganischen Feststoff in partikulärer Form.

Die Temperatur zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens ist an sich unkritisch. Die Flottentemperatur liegt kann im Bereich von 10 bis 60°C liegen, bevorzugt 15 bis 30°C.

Die Verfahrensparameter des erfindungsgemäßen Verfahrens kann man so wählen, dass durch das erfindungsgemäße Verfahren üblicherweise eine Flottenaufnahme von 25 Gew.-% bis 85 Gew.-%, bevorzugt 40 bis 70 Gew.-% resultiert.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann in gängigen Maschinen durchgeführt werden, die für die Ausrüstung von Textilien eingesetzt werden, beispielsweise Foulards. Bevorzugt sind Foulards mit senkrechtem Textileinzug, die als wesentliches Element zwei aufeinandergepresste Rollen enthalten, durch die das Textil geführt wird. Oberhalb der Rollen ist die Flüssigkeit eingefüllt und benetzt das Textil. Durch den Druck wird das Textil abgequetscht und ein konstanter Auftrag gewährleistet.

Im Anschluss an die erfindungsgemäße Behandlung kann man das behandelte Textil nach in der Textilindustrie üblichen Methoden trocknen.

Im Anschluss an die erfindungsgemäße Behandlung kann man tempern, und zwar kontinuierlich oder diskontinuierlich. Die Dauer der Temperung kann man in weiten Grenzen wählen. Üblicherweise kann man über die Dauer von etwa 10 Sekunden bis etwa 30 Minuten, insbesondere 30 Sekunden bis 5 Minuten tempern. Zur Durchführung einer Temperung erhitzt man auf Temperaturen von bis zu 180°C, bevorzugt bis zu 150°C. Natürlich ist es erforderlich, die Temperatur der Temperung an die Empfindlichkeit des Gewebes anzupassen.

Geeignete Methode zur Temperung ist beispielsweise eine Heißlufttrocknung.

25

30

12

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung versieht man das textile Material vor der erfindungsgemäßen Behandlung mit einer Haftschicht. Dazu kann man einen sogenannten Primer einsetzen. Die Aufbringung eines Primers ist bevorzugt, wenn man Synthesefasern auszurüsten wünscht.

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung lässt sich als Haftschicht beispielsweise ein oder mehrere Polymere auf das zu behandelnde textile Material aufbringen, wobei die Polymersynthese auch auf dem textilen Material durchgeführt werden kann. Besonders gut geeignete Polymere sind solche Polymere, die vernetzte oder zur Vernetzung fähige Gruppen aufweisen, beispielsweise natürliche oder synthetische Polymeren mit freien Hydroxylgruppen, Carbonylgruppen, primären oder sekundären Aminogruppen oder Thiolgruppen. Beispiele für gut geeignete Polymere sind Lignin, Polysaccharide, Polyvinylalkohol und Polyethylenimin. Eine Vernetzung kann beispielsweise durch anschließende Umsetzung mit beispielsweise Isocyanaten, Dimethylolharnstoff oder N,N-Dimethylol-4,5-Dihydroxyethylenharnstoff (DMDHEU) gelingen.
 Andere besonders bevorzugte Vernetzer sind Melamin-Formaldehyd-Harze, die mit Methanol verethert sein können.

In einer anderen Ausführungsform werden bei zu behandelnden Polyestern oder Polyamiden durch partielle Verseifung mit starken Alkalien wie wässriger Natronlauge oder Kalilauge 0,01 bis 1 Gew.-%, bevorzugt 0,1 bis 0,5 Gew.-% des Textils verseift.

Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind textile Materialien, ausgerüstet nach dem erfindungsgemäßen Verfahren. Durch das erfindungsgemäße Ausrüsten werden die erfindungsgemäßen Textilien mit einer oder mehreren Schichten versehen. Die erfindungsgemäßen textilen Materialien zeigen besonders gutes Schmutz und Wasser abweisendes Verhalten. Weiterhin zeigen erfindungsgemäße textile Materialien sehr gute mechanische Belastbarkeit. In den erfindungsgemäß beschichteten textilen Materialien ist der oder sind die eingesetzten Feststoffe isotrop oder weitgehend isotrop über die Ausrüstungsschicht verteilt, d.h. man stellt keine Konzentration in der Grenzschicht zwischen Ausrüstungsschicht und umgebender Atmosphäre fest.

In einer Ausführungsform enthalten die erfindungsgemäßen Textilien 0,5 bis 50 g/m² Schicht, bevorzugt 1 bis 20 g/m² und besonders bevorzugt 1,5 bis 10 g/m².

Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind wässrigen Flotten zur Ausrüstung von textilen Materialien, enthaltend mindestens ein organisches Polymer und mindestens einen organischen oder anorganischen Feststoff in partikulärer Form, wobei der oder die organischen oder anorganischen Feststoffe in der Flotte in einem Anteil von mindestens 5,5 g/l vorliegen. Die erfindungsgemäßen Flotten können weitere

Komponenten enthalten, beispielsweise ein oder mehrere organische Lösemittel oder einen oder mehrere Emulgatoren.

Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist die Verwendung der erfindungsgemäßen Flotten zur Ausrüstung von textilen Materialien.
Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung wässriger Flotten, im Folgenden auch erfindungsgemäßes Herstellungsverfahren genannt. Das erfindungsgemäße Herstellungsverfahren umfasst das Vermischen der folgenden Komponenten:

mindestens ein organisches Polymer,
mindestens einen organischen oder anorganischen Feststoff in partikulärer Form,
Wasser und
gegebenenfalls ein oder mehrere organische Lösemittel,
und gegebenenfalls weitere Komponenten, beispielsweise einen oder mehrere Emulgatoren,

wobei die Menge an organischem oder anorganischem Feststoff in partikulärer Form so gewählt wird, dass er in der wässrigen Flotte in einem Anteil von mindestens 5,5 g/l vorliegt.

20 Das erfindungsgemäße Herstellverfahren kann man üblicherweise bei Temperaturen von Raumtemperatur bis etwa 100°C durchführen, wobei Raumtemperatur bevorzugt ist.

Das erfindungsgemäße Herstellverfahren umfasst in der Regel einen Homogenisierschritt, beispielsweise durch mechanisches oder pneumatisches Rühren, Schütteln, Ultraschallbehandlung oder eine Kombination derselben. In einigen Fällen kann man jedoch auf den Homogenisierschritt verzichten.

Die Reihenfolge der Zugabe der Komponenten kann im Prinzip beliebig gewählt werden. So kann man beispielsweise zunächst eine wasser- und lösemittelfreie Mischung
aus Polymer und organischem oder anorganischem Feststoff herstellen und anschließend die trockene Mischung in organischem Lösemittel oder Gemisch aus Wasser und
organischem Lösemittel oder in Wasser dispergieren.

In einer Ausführungsform des erfindungsgemäßen Herstellungsverfahrens stellt man zunächst Formulierungen her, die organisches Polymer, organischen oder anorganischen Feststoff in partikulärer Form, gegebenenfalls einen oder mehrere organische Lösemittel und gegebenenfalls einen oder mehrere Emulgatoren sowie gegebenenfalls Wasser enthält. Vor der Durchführung der erfindungsgemäßen Behandlung von textilen Materialien stellt man dann eine erfindungsgemäße Flotte her, indem man die For-

mulierung mit Wasser verdünnt. Es ist bevorzugt, dass die erfindungsgemäßen Formulierungen maximal 15 Gew.-%, bevorzugt etwa 0,1 bis 10 Gew.-%, besonders bevorzugt bis 5 Gew.-% Wasser enthalten. Die erfindungsgemäßen Formulierungen können auch wasserfrei sein.

Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind Formulierungen, die organi-5 sches Polymer, organischen oder anorganischen Feststoff in partikulärer Form, gegebenenfalls einen oder mehrere organische Lösemittel und gegebenenfalls einen oder mehrere Emulgatoren sowie gegebenenfalls Wasser enthalten, wobei der Anteil an Wasser etwa 0,1 bis 10 Gew.-%, bevorzugt bis 5 Gew.-% beträgt. 10

20

25

30

Die Erfindung wird durch Beispiele erläutert.

Beispiel 1: Herstellung von erfindungsgemäßen Flotten

Beispiel 1.1: Herstellung der Flotte 1.1 15

> In einem Kolben wurden unter mechanischem Rühren gemischt: 883,5 ml entmineralisiertes Wasser,

62,4 g einer wässrigen Dispersion (20 Gew.-% Feststoffgehalt) eines statistischen Copolymeren aus 10 Gew.-% Methacrylsäure und 90 Gew.-% CH₂=C(CH₃)COO-CH₂-CH₂-n-C₈F₁₇ mit M_n 3000 g/mol (Gelpermeationschromatographie).

15,6 g einer wässrigen Dispersion (20 Gew.-% Feststoffgehalt) eines statistischen Copolymers aus 20 Gew.-% Acrylsäure, 80 Gew.-% Ethylen, Mw: 20.000 g/mol, , neutralisiert mit N,N-Dimethylethanolamin, pH-Wert zwischen 8,5 und 9,5, und 25,2 g Isopropanol unter mechanischem Rühren gemischt. Anschließend wurden 13,3 g mit Dimethylsiloxangruppen modifizierte pyrogene Kieselsäure mit einer BET-Oberfläche von 225 m²/g, bestimmt nach DIN 66131, Primärpartikeldurchmesser: 10 nm (Medianwert, Zahlenmittel) zugegeben und 10 Minuten dispergiert (Ultraturrax-

Rührer). Man erhielt die wässrige Flotte 1.1.

Beispiel 1.2: Herstellung der Flotte 1.2

In einem Kolben wurden unter mechanischem Rühren gemischt: 35 899,5 ml entmineralisiertes Wasser, 52,4 g einer wässrigen Dispersion (20 Gew.-% Feststoffgehalt) eines statistischen Copolymeren aus 10 Gew.-% Methacrylsäure und 90 Gew.-% $CH_2=C(CH_3)COO-CH_2-CH_2-n-C_6F_{13}$ mit M_n 2900 g/mol (Gelpermeationschromatographie),

14,6 g einer wässrigen Dispersion (20 Gew.-% Feststoffgehalt) eines statistischen Copolymers aus 20 Gew.-% Acrylsäure, 80 Gew.-% Ethylen, $M_{\rm w}$: 20.000 g/mol, neutralisiert mit N,N-Dimethylethanolamin, pH-Wert zwischen 8,5 und 9,5, und 25,2 g Isopropanol.

5

Anschließend wurden 8,3 g mit Triimethylsiloxangruppen modifizierte pyrogene Kieselsäure mit einer BET-Oberfläche von 200 m²/g, bestimmt nach DIN 66131 zugegeben, Primärpartikelgröße: 10 nm (Medianwert, Zahlenmittel), und 10 Minuten dispergiert (Ultraturrax-Rührer). Man erhielt die wässrige Flotte 1.2.

10

Beispiel 2 Ausrüstung von Textil

Beispiel 2.1.

Ein Polyestergewebe mit einem Flächengewicht von 220 g/m² wurde mit Flotte 1.1 auf einem Foulard (Hersteller Fa. Mathis, Typ Nr. HVF12085) behandelt. Der Anpressdruck der Walzen betrug 2,6 bar. Es resultierte eine Flottenaufnahme von 60%. Die Auftraggeschwindigkeit betrug 2 m/min. Anschließend wurde das behandelte Polyestergewebe bei 120°C auf einem Spannrahmen getrocknet. Die abschließende Temperung erfolgte über einen Zeitraum von 3 min bei 150°C unter Umluft. Man erhielt das behandelte Polyestergewebe 2.1.

Beispiel 2.2.



Ein Polyamidgewebe mit einem Flächengewicht von 160 g/m² wurde mit Flotte 1.1 auf einem Foulard (Hersteller Fa. Mathis, Typ Nr. HVF12085) behandelt. Der Anpressdruck der Walzen betrug 2,6 bar. Es resultierte eine Flottenaufnahme von 65%. Die Auftraggeschwindigkeit betrug 2 m/min. Anschließend wurde das behandelte Polyamidgewebe bei 120°C auf einem Spannrahmen getrocknet. Die abschließende Temperung erfolgte über einen Zeitraum von 3 min bei 150°C unter Umluft. Man erhielt das behandelte Polyamidgewebe 2.2.

Beispiel 2.3.

35

Ein Polyacrylgewebe mit einem Flächengewicht von 295 g/m² wurde mit Flotte 1.1 auf einem Foulard (Hersteller Fa. Mathis, Typ Nr. HVF12085) behandelt. Der Anpressdruck der Walzen betrug 2,6 bar. Es resultierte eine Flottenaufnahme von 50%. Die Auftraggeschwindigkeit betrug 2 m/min. Anschließend wurde das behandelte Polyacrylgewebe bei 120°C auf einem Spannrahmen getrocknet. Die abschließende Tempe-

perung erfolgte über einen Zeitraum von 3 min bei 150°C unter Umluft. Man erhielt das behandelte Polyacrylgewebe 2.3.

Beispiel 2.4.

5

Ein Polyestergewebe mit einem Flächengewicht von 220 g/m² wurde mit Flotte 1.2 auf einem Foulard (Hersteller Fa. Mathis, Typ Nr. HVF12085) behandelt. Der Anpressdruck der Walzen betrug 2,6 bar. Es resultierte eine Flottenaufnahme von 60%. Die Auftraggeschwindigkeit betrug 2 m/min. Anschließend wurde das behandelte Polyestergewebe bei 120°C auf einem Spannrahmen getrocknet. Die abschließende Temperung erfolgte über einen Zeitraum von 3 min bei 150°C unter Umluft. Man erhielt das behandelte Polyestergewebe 2.4.

Beispiel 2.5.

15.

20

10

Ein Polyamidgewebe mit einem Flächengewicht von 160 g/m² wurde mit Flotte 1.2 auf einem Foulard (Hersteller Fa. Mathis, Typ Nr. HVF12085) behandelt. Der Anpressdruck der Walzen betrug 2,6 bar. Es resultierte eine Flottenaufnahme von 65%. Die Auftraggeschwindigkeit betrug 2 m/min. Anschließend wurde das behandelte Polyamidgewebe bei 120°C auf einem Spannrahmen getrocknet. Die abschließende Temperung erfolgte über einen Zeitraum von 3 min bei 150°C unter Umluft. Man erhielt das behandelte Polyamidgewebe 2.5.

Beispiel 2.6.

25

30

35

Ein Polyacrylgewebe mit einem Flächengewicht von 295 g/m² wurde mit Flotte 1.2 auf einem Foulard (Hersteller Fa. Mathis, Typ Nr. HVF12085) behandelt. Der Anpressdruck der Walzen betrug 2,6 bar. Es resultierte eine Flottenaufnahme von 50%. Die Auftraggeschwindigkeit betrug 2 m/min. Anschließend wurde das behandelte Polyacrylgewebe bei 120°C auf einem Spannrahmen getrocknet. Die abschließende Temperung erfolgte über einen Zeitraum von 3 min bei 150°C unter Umluft. Man erhielt das behandelte Polyacrylgewebe 2.6.

3. Untersuchung der erfindungsgemäß behandelten Textilproben auf Wasser abweisende Wirkung

1.7

Die zu untersuchende erfindungsgemäß behandelte Textilprobe wurde manuell gespannt und mit Nadeln auf einem ebenen Holzbrett fixiert, dessen Neigung stufenlos von 1° bis 90° eingestellt werden konnte. Dann ließ man mit Hilfe einer Kanüle aus einer Höhe von 10 mm einzelne Wassertropfen auf die Textilprobe fallen. Die Tropfen hatten eine Masse von 4,7 mg. Durch schrittweises Senken des Neigungswinkels wurde der Neigungswinkel bestimmt, bei dem die Tropfen gerade noch abperlten und keine Adhäsion zu beobachten war. Die Ergebnisse finden sich in Tabelle 1.

Tabelle 1: Neigungswinkel

Probe	. Neigungswinkel [°]
2.1	5
2.2	3
2.3	6
2.4	7
2.5	6
2.6	8

5

Zusammenfassung

Verfahren zur Ausrüstung textiler Oberflächen durch Behandlung mit mindestens einer Flotte, die mindestens ein organisches Polymer enthält und mindestens einen weiteren organischen oder anorganischen Feststoff in partikulärer Form, wobei der oder die organischen oder anorganischen Feststoffe in der Flotte in einem Anteil von mindestens 5,5 g/l vorliegen.